**UNIVERSIDAD DE ORIENTE**

**NÚCLEO ANZOÁTEGUI**

**UNIDAD DE CURSOS BÁSICOS**

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS**

**LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA**

# PRÁCTICA 3

## Cristalización, extracción y efecto salino

**Profesor: Luis Peña**
**Sección: 20**

**Integrantes**

| | |
|---|---|
| **María Ferreira** | **C.I: 32.081.586** |
| **Sinaí Rodríguez** | **C.I: 31.857.807** |
| **Aminta Bastardo** | **C.I: 31.721.017** |

**Barcelona, octubre 2024**

# ÍNDICE

Págs.
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN ....4
INTRODUCCIÓN ....4
OBJETIVOS DE LA PRÁCTICA ....5
CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO ....6
2.1 CRISTALIZACIÓN ....6
2.2 REQUISITOS DE UN DISOLVENTE IDEAL PARA CRISTALIZAR....6
2.3 SOLUBILIDAD EN COMPUESTOS ORGÁNICOS ....6
2.4 ETAPAS DE CRISTALIZACIÓN....7
2.4.1 DISOLUCIÓN EN AGUA CALIENTE....7
2.4.2 FILTRACIÓN EN CALIENTE ....7
2.4.3 ENFRIAMIENTO PARA CRISTALIZAR....8
2.4.4 FILTRACIÓN EN FRÍO PARA CRISTALIZAR....8
2.4.5 SECADO DE LOS CRISTALES....8
2.5 EXTRACCIÓN....8
2.6 CONDICIONES DEL SOLVENTE DE EXTRACCIÓN ....9
2.7 COMPONENTES PRINCIPALES DE UNA EXTRACCIÓN ....9
2.8 TIPOS DE EXTRACCIÓN....9
2.8.1 EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO....9
2.8.2 EXTRACCION SÓLIDO-LÍQUIDO....11
2.9 EXTRACCIÓN CON EQUIPO SOXHLET ....12
2.9.1 ETAPAS ....12
2.10 ROTAVAPOR....13
2.11 EFECTO SALINO ....13
CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL....14
3.1 MATERIALES, EQUIPOS Y SUSTANCIAS A UTILIZAR ....14
3.2 TABLAS DE PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS....14
3.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL....15
3.3.1 CRISTALIZACIÓN....15
3.3.2 EXTRACCIÓN....16
3.3.3 EFECTO SALINO....17

3.4 DATOS EXPERIMENTALES ..... 18
3.4.1 CRISTALIZACIÓN ..... 18
3.4.2 EXTRACCIÓN: DETERMINACIÓN DEL COEFICIENTE DE REPARTO ... 18
3.4.3 EFECTO SALINO ..... 20
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS ..... 21
4.1 CRISTALIZACIÓN ..... 21
4.1.1 ANÁLISIS ..... 21
4.2 EXTRACCION ..... 21
4.2.1 ANÁLISIS ..... 22
4.3 EFECTO SALINO ..... 23
4.3.1 ETANOL Y AGUA ..... 23
4.3.2 HEXANO Y AGUA ..... 23
POST-LABORATORIO ..... 24
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES ..... 30
5.1 CONCLUIONES ..... 30
5.2 RECOMENDACIONES ..... 30
BIBLIOGRAFIA ..... 31
ANEXOS ..... 32

# CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

## INTRODUCCIÓN

El estudio de los procesos de cristalización, extracción y el efecto salino es fundamental en diversas disciplinas científicas, incluyendo la química, la biología y la ingeniería de procesos. La cristalización se presenta como una técnica clave para purificar compuestos, permitiendo obtener sustancias en su forma sólida con alta pureza. Este proceso se basa en la formación de cristales a partir de soluciones sobresaturadas, donde las moléculas se organizan en estructuras ordenadas y repetitivas.

Por otro lado, la extracción es un método utilizado para separar componentes de una mezcla mediante el uso de disolventes, aprovechando las diferencias en solubilidad y propiedades físicas de los compuestos involucrados. Esta técnica es crucial en la obtención de productos naturales y en la industria farmacéutica, donde la pureza y la eficiencia son esenciales.

El efecto salino, que se refiere a cómo la presencia de sales afecta la solubilidad y el comportamiento de las soluciones, juega un papel importante en ambos procesos. La adición de sales puede alterar la solubilidad de ciertos compuestos, facilitando o dificultando tanto la cristalización como la extracción. Comprender estos fenómenos es vital para optimizar procedimientos en laboratorios y aplicaciones industriales.

Este informe tiene como objetivo explorar y analizar los principios teóricos detrás de estos procesos, así como sus interrelaciones y aplicaciones prácticas. A través de experimentos diseñados específicamente para observar estos fenómenos, se buscará profundizar en la comprensión del comportamiento de las sustancias bajo diferentes condiciones, contribuyendo así al desarrollo de técnicas más eficientes en el ámbito químico.

## OBJETIVOS DE LA PRÁCTICA

- Estudiar y aplicar las técnicas de cristalización y extracción.
- Observar el efecto salino.

# CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

## 2.1 CRISTALIZACIÓN

La cristalización es el proceso en el cual se forma cristales a partir de una disolución; exactamente es un "…un proceso en el cual se realiza un cambio de fase pasando el sistema de un estado de desequilibrio (desde disolución, estado fundido, etc.) al estado de equilibrio en forma de cristales (Grases, Costa Söhnel, 2000, p.3). La precipitación es la formación rápida de un sólido amorfo, mientras que la cristalización es la formación lenta de un sólido cristalino. En otras palabras, es el proceso inverso a la disolución.

La cristalización idónea es aquella que tiene lugar lentamente, ya que conduce a cristales muy puros. Si el enfriamiento de la disolución se realiza muy rápidamente, el compuesto puede precipitar en lugar de cristalizar. La diferencia a nivel práctico, es que un compuesto que ha precipitado puede contener impurezas que hayan quedado atrapadas en el sólido amorfo por inclusión.

## 2.2 REQUISITOS DE UN DISOLVENTE IDEAL PARA CRISTALIZAR

- Disolver el sólido a purificar en caliente (a temperatura del punto de ebullición del disolvente) pero no en frío (a temperatura ambiente o a 0ºC). Un disolvente que disuelva el sólido en frio o no lo disuelva en caliente, no es válido para cristalizar.

- Disolver muy mal o muy bien las impurezas, para que puedan eliminarse al filtrar en caliente o quedar disueltas en las aguas madres, respectivamente.

- No reaccionar con el compuesto a cristalizar.

- Presentar un punto de ebullición inferior al punto de fusión del sólido.

## 2.3 SOLUBILIDAD EN COMPUESTOS ORGÁNICOS

Por lo general los compuestos orgánicos se disuelven en disolventes no polares (líquidos sin carga eléctrica localizada) como el octano o el tetracloruro de carbono, o en disolventes de baja polaridad, como los alcoholes.

Cuando una sustancia se disuelve, sus partículas componentes (iones o moléculas) se dispersan entre las del solvente, dentro de las cuales deben crearse espacios para las partículas del soluto. La separación, tanto de las partículas del soluto como las del solvente, requiere vencer las fuerzas que las mantienen unidas en cada compuesto. La energía que se requiere para superar la atracción intermolecular existente proviene de la formación de las nuevas formas de atracción entre el soluto y el disolvente. Estas fuerzas son fundamentalmente las fuerzas de Van der Waals, las interacciones dipolo-dipolo o puentes de hidrógeno, dependiendo del tipo de partículas que intervengan.

Los compuestos polares se disuelven en disolvente polares y los compuestos no polares se disuelven en disolventes no polares. La razón por la que esto ocurre es que un disolvente polar, como el agua, tiene cargas parciales que pueden interactuar con las cargas parciales de un compuesto polar y los polos positivos de las moléculas de disolventes rodean al polo positivo del soluto polar.

## 2.4 ETAPAS DE CRISTALIZACIÓN

### 2.4.1 DISOLUCIÓN EN AGUA CALIENTE

En una cristalización se busca hacer disoluciones saturadas de la sustancia a purificar mediante la disolución del sólido con el disolvente apropiado en caliente. Este proceso puede verse como un cambio de fase del soluto pasando de un sólido cristalino a un líquido. Para muchos compuestos orgánicos, este proceso es endotérmico, por lo tanto, en muchos casos, la solubilidad aumenta al aumentar la temperatura.

### 2.4.2 FILTRACIÓN EN CALIENTE

Mediante este proceso se eliminan las impurezas insolubles y si el carbón activado también fue añadido entonces también se eliminará. Pero este proceso se puede omitir si la disolución en caliente fue completa y no se usó ningún decolorante. Se recomienda la filtración por gravedad si el compuesto no cristaliza fácilmente, de lo contrario se recomienda hacer uso de algún dispositivo que ayude a mantener el líquido caliente o hacerlo a presión reducida.

### 2.4.3 ENFRIAMIENTO PARA CRISTALIZAR

Este proceso consiste en dejar la solución en reposo para que se enfríe por cuenta, la lenta cristalización garantiza unos cristales mejor formados, de mayor tamaño y mejor purificación, después de unas horas se puede implementar un baño maría con hielo si se desea.

### 2.4.4 FILTRACIÓN EN FRÍO PARA CRISTALIZAR

Esto comúnmente se hace por filtración a presión reducida y permite separar los cristales de las impurezas solubles en el solvente. Después de la cristalización se implementa una pequeña cantidad de solvente frío para eliminar algunos restos de la solución retenida en los cristales. Este líquido de filtración es llamado “agua o líquido madre”, su concentración puede producir nuevos cristales que generalmente tienen menor pureza que la primera

### 2.4.5 SECADO DE LOS CRISTALES

Este proceso se usa para la eliminación de restos de disolvente.

## 2.5 EXTRACCIÓN

El término extracción se define como la transferencia de una sustancia de una fase a otra. Aunque también se utilizan técnicas de extracción sólido-líquido, la más frecuente es la extracción líquido-líquido, conocida simplemente como extracción, que se lleva a cabo entre dos líquidas inmiscibles. La separación de un compuesto por extracción se basa en la transferencia selectiva del compuesto desde una mezcla solida o liquida con otros compuestos hacia una fase líquida (normalmente un disolvente orgánico).

El éxito de la técnica depende básicamente de la diferencia de solubilidad en el solvente de extracción, entre el compuesto deseado y los otros compuestos presentes en la mezcla inicial. Si a un sistema formado por dos fases liquidas inmiscibles o poco miscibles entre sí, se agrega una tercera sustancia soluble en ambas, dicha sustancia se distribuye entre las dos .Se demuestra experimentalmente que, en el equilibrio, a temperatura constantes, la relación de las concentraciones en las dos fases tiene un valor definido, independiente de la cantidad real de la sustancia disuelta.

## 2.6 CONDICIONES DEL SOLVENTE DE EXTRACCIÓN

La elección del solvente de extracción depende de la solubilidad del compuesto a extraer, de la volatilidad y toxicidad de los posibles solventes a emplear. Hay que recordar, que el solvente de extracción debe ser inmiscible con la fase a extraer. A la hora de elegir un solvente para realizar la extracción de un compuesto orgánico disuelto en agua, hay que tener en cuenta que debe cumplir los siguientes requisitos:

- Ser inmiscible en agua
- Disolver menor que el agua a la sustancia que se pretende extraer.
- Tener un punto de ebullición bajo, de manera que una vez finalizada la extracción, el soluto pueda recuperarse eliminando el disolvente a presión reducida en el rotavapor
- No reaccionar con el producto que se quiere extraer.
- No ser infamante ni toxico y entre varios disolventes posibles.

## 2.7 COMPONENTES PRINCIPALES DE UNA EXTRACCIÓN

- **De quién se va a extraer:** Es la mezcla, objeto o sustancia donde se encuentra el compuesto a extraer, puede ser sólido o líquido.

- **Componente a extraer (Analito o Sustrato):** Es el compuesto orgánico de interés que se desea obtener.

- **Agente extractor:** Líquido, generalmente un disolvente, con el que se va a extraer el compuesto de interés

## 2.8 TIPOS DE EXTRACCIÓN

### 2.8.1 EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

La extracción líquido-líquido es un método muy útil para separar componentes de una mezcla. El éxito de este método depende de la diferencia de solubilidad del compuesto a extraer en dos disolventes diferentes. Cuando se agita un compuesto con dos disolventes inmiscibles, el compuesto se distribuye entre los dos disolventes. A una temperatura determinada, la relación de concentraciones del compuesto en cada disolvente es siempre constante, y esta constante es lo que se denomina coeficiente de

distribución o de reparto. Se define el coeficiente de reparto (K) como la solubilidad del compuesto en el medio orgánico dividido por su solubilidad en el medio acuoso. Para que el proceso de extracción sea efectivo es importante que el coeficiente de reparto tenga un valor elevado, de modo que se asegura una mayor extracción del compuesto deseado en el medio orgánico.

$$K_D = \frac{Cs}{Cm}$$

Ec. (1)

Donde:

$K_D$= coeficiente de reparto

Cs= concentración del componente en la fase estacionaria

Cm= concentración del componente en la fase móvil

Después de agitar la mezcla de las dos fases para aumentar la superficie de contacto entre ellas y permitir un equilibrio más rápido del producto a extraer entre las dos fases, se producirá una transferencia del producto deseado desde la fase acuosa inicial hacia la fase orgánica, en una cantidad tanto mayor cuanto mayor sea su coeficiente de reparto entre el disolvente orgánico de extracción elegido y el agua. Unos minutos después de la agitación, las dos fases se separan de nuevo, espontáneamente por decantación, debido a la diferencia de densidades entre ellas, con lo que la fase orgánica que contiene el producto deseado se podrá separar mediante una simple decantación de la fase acuosa conteniendo impurezas. La posición relativa de ambas fases depende de la relación de densidades.

Dado que después de esta extracción, la fase acuosa frecuentemente aún contiene cierta cantidad del producto deseado, se suele repetir el proceso de extracción un par de veces más con disolvente orgánico puro. Una vez finalizada la operación de extracción, se tiene que recuperar el producto extraído a partir de las fases orgánicas reunidas. Para ello, se tiene que secar la fase orgánica resultante con un agente desecante, filtrar la suspensión resultante y finalmente eliminar el disolvente orgánico de la disolución seca conteniendo el producto extraído por destilación o evaporación. Aunque normalmente la extracción se utiliza para separar el producto des eado selectivamente de una mezcla, a veces lo que se pretende con la extracción es eliminar impurezas no deseadas de una disolución.

Esta técnica es muy utilizada para llevar a cabo la extracción de compuestos orgánicos que se encuentran en fuentes naturales. Por ejemplo, una extracción líquido-líquido muy utilizada ha sido la extracción de la cafeína del café para obtener café descafeinado

- **EXTRACCION LÍQUIDO-LÍQUIDO CONTINUA**

Cuando el coeficiente de reparto del compuesto a extraer no es lo suficientemente favorable, es decir, no tiene un valor elevado, no es posible llevar a cabo el proceso de extracción líquido-líquido simple. En este caso se suele utilizar otro procedimiento que implica una extracción continua de la fase inicial (normalmente una fase acuosa) con porciones nuevas del disolvente orgánico de extracción.

Para evitar utilizar grandes volúmenes de disolvente de extracción, el proceso se hace en un sistema cerrado en el que el disolvente de extracción se calienta en un matraz y los vapores del disolvente se hacen condensar en un refrigerante colocado sobre un tubo o cámara de extracción que contiene la disolución acuosa a extraer. El disolvente condensado caliente se hace pasar a través de la disolución acuosa, para llegar finalmente, con parte del producto extraído, al matraz inicial, donde el disolvente orgánico se vuelve a vaporizar, repitiendo un nuevo ciclo de extracción, mientras que el producto extraído, no volátil, se va concentrando en el matraz

### 2.8.2 EXTRACCION SÓLIDO-LÍQUIDO

La extracción sólido-líquido es similar a la extracción líquido-líquido, salvo que el soluto se dispersa en una matriz sólida, en lugar de un líquido portador. La fase sólida, que contiene el soluto se dispersa en el solvente y el mixto. El soluto se extrae de la fase sólida al disolvente, y luego se retira la fase sólida por filtración.

- **EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO DISCONTINUA**

La separación de una mezcla de compuestos sólidos también se puede llevar acabo aprovechando diferencias de solubilidad de los mismos en un determinado disolvente. En el caso favorable de una mezcla de sólidos en la cual uno de los compuestos es soluble en un determinado disolvente (normalmente un disolvente orgánico), mientras que los otros son insolubles, podemos hacer una extracción consistente en añadir este disolvente a la mezcla contenida en un vaso de precipitados, un matraz o una cápsula de porcelana, en frío o en caliente, agitar o triturar con ayuda de una varilla de vidrio y separar por filtración la disolución que contiene el producto extraído y la fracción insoluble que contiene las impurezas. Si, al contrario, lo que se pretende es disolver las impurezas de la mezcla sólida, dejando el producto deseado como fracción insoluble, el proceso, en lugar de extracción, se denomina lavado

- **EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO CONTINUA**

La extracción sólido-líquido suele ser mucho más eficiente cuando se hace de manera continua con el disolvente de extracción caliente en un sistema cerrado, utilizando una metodología similar a la comentada para la extracción líquido-líquido continua, basada en la maceración con disolvente orgánico, previamente vaporizado en un matraz y condensado en un refrigerante, de la mezcla sólida a extraer contenida dentro de un cartucho o bolsa de celulosa que se coloca en la cámara de extracción. El paso del disolvente orgánico con parte del producto extraído al matraz inicial, permite que el mismo disolvente orgánico vuelva a ser vaporizado, repitiendo un nuevo ciclo de extracción, mientras que el producto extraído, no volátil, se va concentrando en el matraz

## 2.9 EXTRACCIÓN CON EQUIPO SOXHLET

El extractor Soxhlet es un material de vidrio que se utiliza para la extracción de compuestos contenidos en un sólido, a través de un solvente afín, típicamente, para una extracción Soxhlet se requiere solamente donde el compuesto deseado tiene solamente una solubilidad limitada en un solvente. El método es aplicable en muestras de alimentos en general, ya que la técnica se basa en la extracción de grasas de una muestra. El aparato de Soxhlet fue creado por el químico alemán Franz Von Soxhlet en 1879.

### 2.9.1 ETAPAS

- Colocación del solvente en un balón.
- Ebullición del solvente que se evapora hasta un condensador a reflujo.
- El condensado cae a un recipiente que contiene un cartucho poroso con la muestra en el interior.
- Ascenso al nivel del solvente cubriendo el cartucho hasta que se produce el descenso que vuelve al solvente con el material extraído al balón.
- Se vuelve a producir este proceso la cantidad de veces necesarias para que la muestra quede agotada.

## 2.10 ROTAVAPOR

El rotavapor es un dispositivo utilizado en laboratorios químicos para la eliminación eficiente y suave de los solventes de las muestras por evaporación. El proceso se basa en la evaporación y la condensación de disolventes o el secado de polvos y pastas en un matraz de evaporación rotativo. Gracias a su sofisticado sistema de juntas, se puede alcanzar un nivel de vacío muy estable en combinación con un controlador de vacío y una bomba de vacío. El vacío también elimina emisiones de vapores no deseadas o peligrosas durante el proceso y es un importante rasgo de seguridad. La presión baja disminuye el punto de ebullición del medio dentro del Rotavapor. Esto permite tratar el producto con delicadeza incluso con un rendimiento de evaporación superior comparado con el manejo a presión ambiental.

## 2.11 EFECTO SALINO

El efecto salino se manifiesta al disolver una sal en presencia de otra sin que existan iones comunes. Si los iones presentes son diferentes a los implicados en la disociación de la sal se produce un ligero aumento de la solubilidad de la sal, llamado efecto salino.

El aumento de la concentración iónica en la disolución produce mayores atracciones entre iones (aumento de la fuerza iónica), lo que produce una disminución de las actividades (concentraciones reales de los iones) con respecto a las concentraciones molares.

Esta disminución de las actividades obliga a una mayor disolución de la sal para alcanzar el producto de solubilidad

$$AgBr_{(s)} \Leftrightarrow Ag^{+}(_{aq)} + Br^{-}_{(aq)}$$

$$NaCl_{(s)} \Leftrightarrow Na^{+}_{(aq)} + Cl^{-}_{(aq)}$$

Si tenemos una disolución con un precipitado de AgBr y añadimos NaCl, la solubilidad del AgBr aumenta: al añadir el NaCl este se disocia en sus iones constituyentes, disminuyendo la concentración de los iones $Ag^{+}$ y $Br^{-}$ y según el principio de Le Chatelier, el AgBr trabaja más para formar nuevamente sus iones constituyentes (favorece la reacción directa), aumentando su solubilidad. Esto ocurre porque la fuerza iónica del medio aumenta, lo cual afecta a la actividad de los iones de la sal AgBr.

# CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

## 3.1 MATERIALES, EQUIPOS Y SUSTANCIAS A UTILIZAR

*Tabla 1. Materiales, equipos y sustancias a utilizar*

| MATERIALES Y EQUIPOS | SUSTANCIAS |
|---|---|
| Beakers<br>Tubos de ensayo<br>Pipeta<br>Matraces Erlenmeyer<br>Varilla de vidrio<br>Piseta<br>Pinzas<br>Papel de filtro<br>Espátula<br>Gotero<br>Embudo de separación<br>Embudo de pie corto<br>Embudo<br>Cilindro graduado<br>Bureta<br>Balanza | Acido benzoico<br>Ácido Adípico<br>Hexano<br>Fenolftaleína<br>Etanol<br>Agua<br>Hidróxido de sodio<br>Carbonato potásico<br>Cloruro de sodio |

## 3.2 TABLAS DE PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

*Tabla 2. Propiedades físicas y químicas*

| **Sustancia** | **Fórmula química** | **Masa Molar (g/mol)** | **Densidad (g/cm³)** | **Punto de fusión (°C)** | **Punto de ebullición (°C)** | **Solubilidad** | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | **Agua a 20°C (g/L)** | **Otros reactivos** |
| **Ácido benzoico** | $C_7H_6O_2$ | 122,12 | 1,27 | 122,3 | 250 | 3,4 | Acetona, cloroformo, alcohol |
| **Ácido adípico** | $C_6H_{10}O_4$ | 146,14 | 1,36 | 152,1 | 337,5 | 23 | metanol |
| **Hidróxido de sodio** | NaOH | 39,997 | 2,13 | 323 | 1388 | 1110 | Éter |
| **Hexano** | $C_6H_{14}$ | 86,178 | 0,66 | -95.6 | 69 | 7,6 | Alcohol |
| **Etanol** | $C_2H_6O$ | 46,068 | 0,789 | -114,1 | 78,37 | Miscible | Ácido acético, éter |
| **Carbonato de potasio** | $K_2CO_3$ | 138,205 | 2,43 | 891 | No determinado | 1120 | |
| **Cloruro de sodio** | NaCl | 58,44 | 2,16 | 801 | 1465 | 358 | Glicerol |
| **Fenolftaleína** | $C_{20}H_{14}O_4$ | 318,31 | 1,3 | 260 | >450 | 0,0036 | Alcohol |

## 3.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 3.3.1 CRISTALIZACIÓN

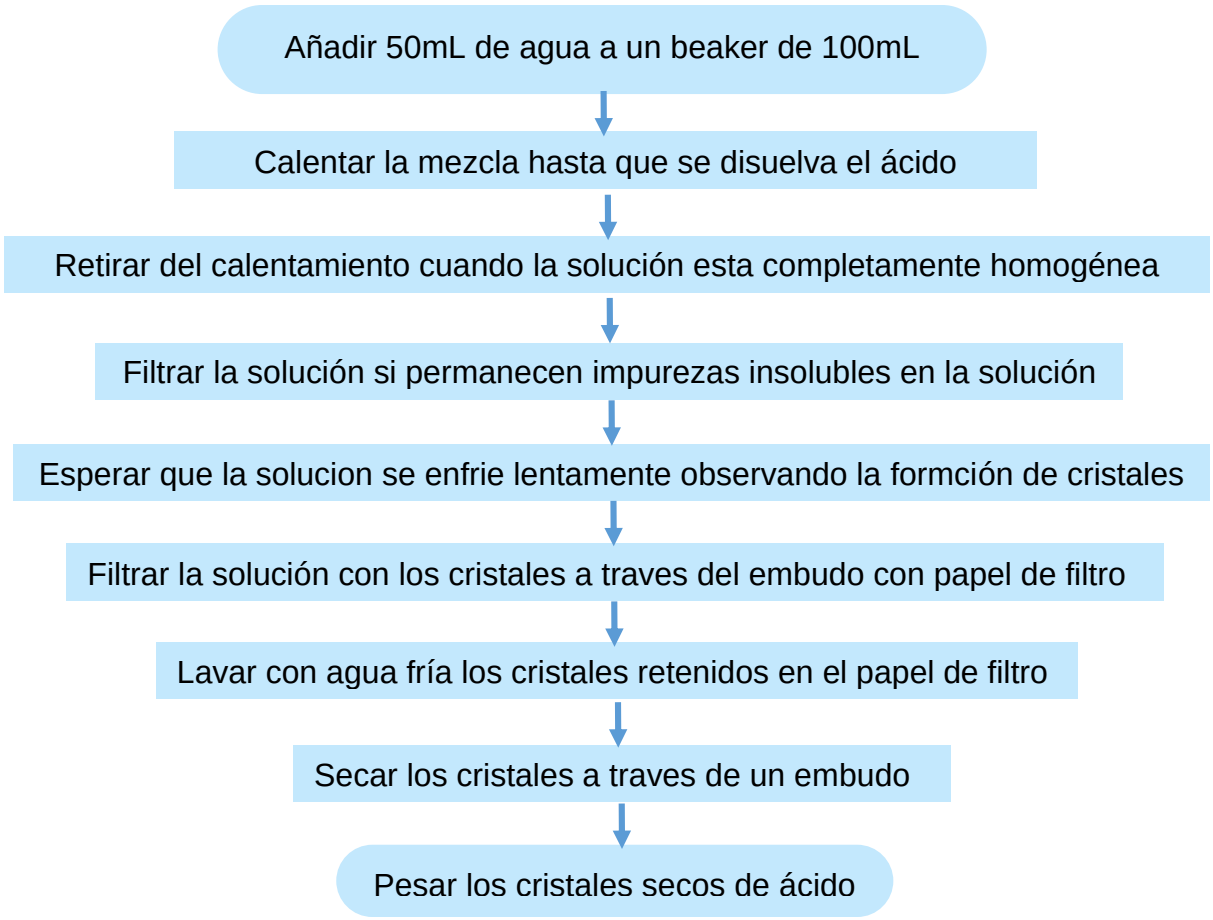
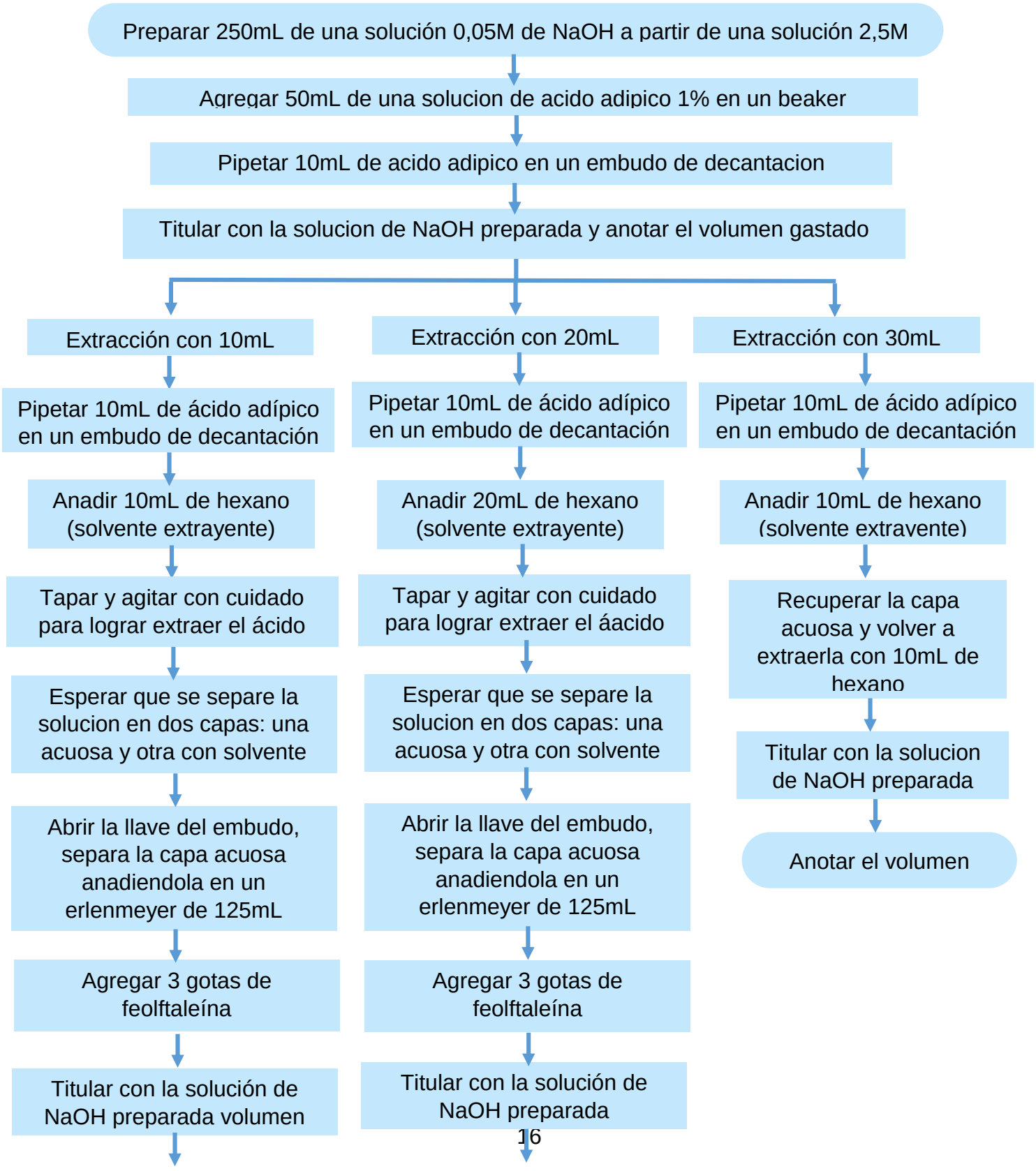



Figura 1. Procedimiento para realizar el experimento de cristalización

### 3.3.2 EXTRACCIÓN



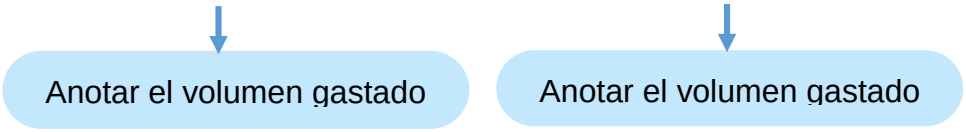



Figura 2. Procedimiento para realizar el experimento de extracción

### 3.3.3 EFECTO SALINO

- **ETANOL Y AGUA**

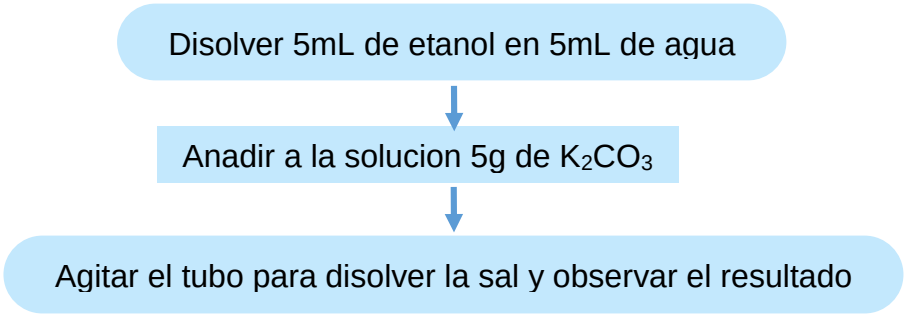



Figura 3. Procedimiento para realizar el experimento de efecto salino con etanol y agua

- **HEXANO Y AGUA**

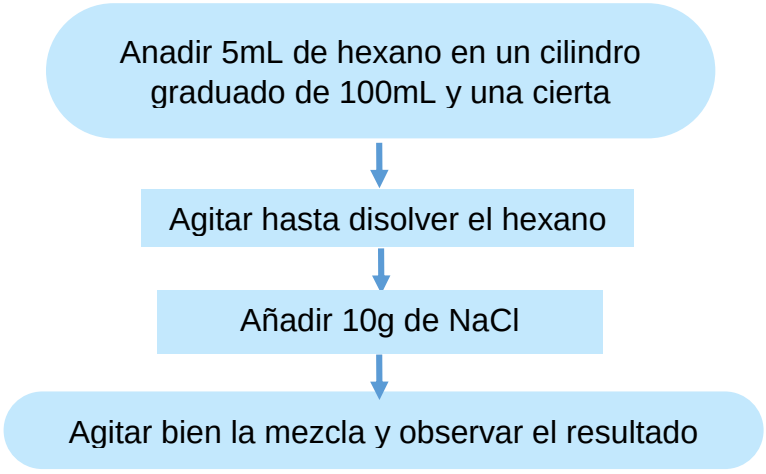



Figura 4. Procedimiento para realizar el experimento de efecto salino con hexano y agua

## 3.4 DATOS EXPERIMENTALES

### 3.4.1 CRISTALIZACIÓN

*Tabla 3. Datos recogidos de la experiencia de purificación del ácido benzoico*

| Sustancia | Masa |
|---|---|
| Agua | 50g |
| Acido benzoico | 1 g |
| Papel filtro | Xg |
| Papel filtro con cristales ($C_7H_6O_2$) | Xxg |

### 3.4.2 EXTRACCIÓN: DETERMINACIÓN DEL COEFICIENTE DE REPARTO

*Tabla 4. Datos recogidos de la experiencia de extracción*

| Sustancia | Patrón (10 mL Acido Adípico) | Extracción con 10 mL de Hexano | Extracción con 20 mL de Hexano | Extracción con 20 mL de Hexano |
|---|---|---|---|---|
| **Ácido adípico al 1%** | 10 mL | 10 mL | 10 mL | 10 mL |
| **Hexano** | - | 10 mL | 20 mL | 10 mL y 10mL |
| **Fenolftaleína** | 3 gotas | 3 gotas | 3gotas | 6gotas |

*Tabla 5. Datos recogidos volumen de NaOH gastado de la extracción de la capa acuosa con Hexano*

| | Patrón (10 mL Acido Adípico) | Extracción con 10 mL de Hexano | Extracción con 20 mL de Hexano | Extracción doble con 10mL de Hexano | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Volumen de solución acuosa separada que contiene restos de ácido adípico** | 10mL | | | | |
| **Volumen NaOH necesitado para la titulación** | 13,6mL | | | | |

Al recoger los datos de cada una de las capas se registra la cantidad de volumen de NaOH gastado.

- **CÁLCULOS NECESARIOS**

**Preparación de 250mL de una solución A 0,05M de NaOH a partir de una solución B 2,5M**

$$nNaOH\ necesarios = 250mL\ sol. \times \frac{0{,}05 moles}{1000mL\ sol.A} = 0{,}0125 moles\ NaOH$$

$$Vsol.A\ necesario = 0{,}0125 moles \times \frac{1000mL\ sol.B}{2{,}5 moles} = 5mL$$

$$VH_2O\ necesario = 250mL\ sol.A\ - 5mL sol.B = 245mL\ H_2O$$

Para preparar 250mL de una solución A 0,05M de NaOH es necesario tomar 5mL de la solución B 2,5M y completar con agua hasta 250mL.

**Concentración del ácido adípico de % a molaridad**

$$[C_6H_{10}O_4] = \frac{1g\ C_6H_{10}O_4}{100mL\ sol.} \times \frac{1\ mol\ C_6H_{10}O_4}{146{,}14g\ C_6H_{10}O_4} \times \frac{1000mL\ sol.}{1L\ sol.} = 0{,}068\ mol/L$$

**Volumen NaOH gastado en la solución patrón**

Ya que de la solución patrón se conoce el volumen de ácido adipico, su concentración y la concentración de la base (hidróxido de sodio), es posible calcular el volumen de NaOH necesario para la titulación de la solución patrón:

$$\boldsymbol{Va \times Ca = Vb \times Cb}$$

$$Vb = \frac{Va \times Ca}{Cb} = \frac{10mL \times 0{,}068\ mol/L}{0{,}05\ mol/L} = 13{,}6mL$$

### 3.4.3 EFECTO SALINO

- **ETANOL Y AGUA**

*Tabla 6. Datos cuantitativos del experimento de efecto salino con etanol y agua*

| Sustancia | Cantidad |
|---|---|
| Etanol ($C_2H_6O$) | 5mL |
| Agua ($H_2O$) | 5mL |
| Carbonato de potasio ($K_2CO_3$) | 5g |

*Tabla 7. Datos cualitativos del experimento de efecto salino con etanol y agua*

| Sustancia | Caracteristicas |
|---|---|
| Etanol ($C_2H_6O$) | Incoloro, olor fuerte |
| Agua ($H_2O$) | Incolora, inodora |
| Carbonato de potasio ($K_2CO_3$) | Blanco, cristalino |
| Mezcla de agua, etanol | Mezcla homogenea |
| Mezcla de agua, etanol y carbonato de potasio | Tres capas: arriba el agua, luego el alcohol etílico y de ultimo el (K2CO3). |

- **HEXANO Y AGUA**

*Tabla 8. Datos cuantitativos recogidos del experimento de efecto salino con hexano y agua*

| Sustancia | Cantidad |
|---|---|
| Hexano ($C_6H_{14}$) | 5mL |
| Agua ($H_2O$) | XmL |
| Cloruro de Sodio (NaCl) | 10g |

*Tabla 8. Datos cualitativos recogidos del experimento de efecto salino con hexano y agua*

| Sustancia | Características |
|---|---|
| Hexano ($C_6H_{14}$) | Incoloro, olor fuerte, toxico |
| Agua ($H_2O$) | Incolora, inodora |
| Carbonato de potasio ($K_2CO_3$) | Blanco, cristalino |
| Mezcla de agua y hexano | No se mezcla dos capas |
| Mezcla de agua, hexano y cloruro de sodio | No se mezcla dos capas |

# CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

## 4.1 CRISTALIZACIÓN

*Tabla 9. Resultados del experimento de extracción*

| Sustancia | Masa (g) |
|---|---|
| **Cristales ácido Benzoico** | Peso papel filro con cristles – peso papel filtro |

$$\%\, Recuperación = \frac{Cristales\ acido\ Benzoico}{1\ g\ acido\ benzoico}\ .100$$

### 4.1.1 ANÁLISIS

Los gramos de ácido benzoico obtenidos se obtienen al pesar el precipitado una vez enfriado. El porcentaje de recuperación se calcula con el dato de la tabla (masa de los cristales secos), dividido entre la cantidad inicial (1 gramo) y multiplicar por 100, así se obtiene el rendimiento de la recuperación del sólido.

## 4.2 EXTRACCION

*Tabla 10. Resultados del experimento de extracción*

| | Solución Acido Adípico 10mL | Extracción con 10mL de Hexano | Extracción con 20mL de Hexano | Extracción doble con 10mL de Hexano |
|---|---|---|---|---|
| Volumen capa acuosa | | | | |
| Volumen NaOH gastado | | | | |
| Concentración ácido Adípico en la capa acuosa | | | | |
| Concentración ácido Adípico en el solvente | | | | |
| Coeficiente de reparto | | | | |

### 4.2.1 ANÁLISIS

En la tabla de resultados se obtiene el volumen de NaOH necesario para titular 10mL de ácido Adípico. Posteriormente para la extracción con 10mL de hexano se decanta la solución acuosa para titularla con la solución de NaOH. La solución acuosa se espera que ha disminuido su concentración debido a que el hexano ha extraído el ácido y por lo tanto este queda en la capa orgánica.

Se repite la experiencia utilizando más cantidad de hexano por lo que es de esperarse que el hexano extraiga mayor cantidad de ácido Adípico quedando la solución acuosa a titular más diluida.

La última experiencia es una doble extracción con dos volúmenes consecutivos de 10 mL de hexano. Por lo que la solución acuosa de ácido Adípico se espera que este bastante diluida. La concentración de ácido Adípico en el hexano se calcula por diferencia:

$$\text{moles ácido}_{\text{capa acuosa}} + \text{moles ácido}_{\text{capa orgánica}} = \text{moles ácido}_{\text{iniciales}}$$

$$C1 \times V1 + C2 \times V2 = C0 \times V0$$

Siendo Co y Vo la concentración inicial y volumen inicial de ácido Adípico, C1 y V1 la concentración y volumen del ácido Adípico en la fase acuosa y C2 x V2 la concentración y volumen en el hexano obtenido por diferencia.

Como se puede observar en la tabla de resultados se obtiene la concentración molar de ácido Adípico en la capa acuosa y se calcula la concentración de ácido Adípico en el solvente, posteriormente se puede calcular el coeficiente de reparto.

$$K_D = \frac{Cs}{Cm}$$

Al realizar el experimento de doble extracción de hexano es de esperarse que se extraiga mayor concentración de ácido adípico.

## 4.3 EFECTO SALINO

### 4.3.1 ETANOL Y AGUA

El agua y el etanol son miscibles es decir que se mezclan completamente Los alcoholes de pocos átomos de carbono son solubles en agua en todas las proporciones. La solubilidad del alcohol se debe al grupo –OH incorporado a su molécula. Pero al añadir la sal de carbonato de potasio agitar y dejar en reposo se producen dos capas debido a que la sal no es soluble en etanol y hace que se debiliten los puentes de hidrógeno y produce una separación del alcohol y el agua. Si la cantidad de carbonato de potasio esta en exceso este precipita en el fondo del matraz

### 4.3.2 HEXANO Y AGUA

El hexano es insoluble en agua por lo que se diferencian dos capas siendo el hexano menos denso que el agua se encuentra en la capa superior y el agua en la inferior, al incorporar la sal y agitar se diferencian las dos capas debido a que el NaCl por ser iónico se disuelve en agua y no en hexano. El hexano es un compuesto orgánico no polar.

## POST-LABORATORIO

**1. Defina**

**a) Extracción:** Es la separación de un componente del seno de una mezcla por acción de un solvente que lo disuelve selectivamente. La extracción líquido-líquido es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales.

**b) Coeficiente de reparto:** se define como la relación entre las concentraciones de un soluto soluble en dos fases de dos disolventes inmiscibles a una temperatura dada cuando se establece el equilibrio. Por tanto, ese coeficiente mide la solubilidad diferencial de una sustancia en esos dos disolventes.

$$K_D = \frac{Concentracion\ solución\ fase\ orgánica}{Concentracion\ solución\ fase\ acuosa}$$

**c) Cristalización:** proceso químico en el que se transforma un gas, un líquido o una disolución, en un conjunto de cristales sólidos. Dichos cristales están formados por un conjunto ordenado de enlaces moleculares rígidos que son puros en su naturaleza elemental. Debido a esto, la cristalización puede ser empleada como un método para separar los componentes sólidos de alguna mezcla homogénea, es decir, puede ser empleada como un método de purificación.

**d) Efecto salino**: El efecto salino es la alteración de las propiedades termodinámicas o cinéticas de una disolución electrolítica. Esta alteración es provocada al modificarse el coeficiente de actividad de los iones del electrolito primario, debido a la presencia de los iones del electrolito secundario. El efecto salino se detecta por el aumento de la solubilidad de una sal poco o muy soluble; cuanto más insoluble sea la sal primaria, más notable será el efecto salino.

**e) Solubilidad:** es la capacidad de un cuerpo o de una sustancia determinada (llamada soluto) de disolverse en un medio determinado (llamado solvente); es decir, es la cantidad máxima de un soluto que un solvente puede recibir en determinadas condiciones ambientales.

**f) Solución insaturada:** Cuando se puede seguir disolviendo más soluto en la disolución.

**g) Solución saturada:** Cuando no se puede disolver más soluto, es decir, cuando la disolución tiene el máximo de soluto que admite el solvente.

**h) Solución sobresaturada:** Cuando la disolución tiene más soluto del que puede disolver. Una disolución sobresaturada se puede lograr modificando ciertas condiciones, como por ejemplo la temperatura, para lograr que se disuelva más soluto que el máximo que admite la disolución.

**2. Explique por qué es aconsejable enfriar lentamente el solvente para la purificación de un sólido por cristalización**

Enfriar lentamente el solvente durante la cristalización es crucial para obtener cristales grandes y bien definidos, lo que facilita su filtración y purificación. Este proceso también permite que las impurezas permanezcan en solución, mejorando la pureza del sólido obtenido. Además, un enfriamiento gradual reduce defectos en la estructura cristalina y favorece un estado de equilibrio más estable, resultando en una fase cristalina más homogénea y de alta calidad

**3. Cuáles son las desventajas de una extracción con un solvente cuya densidad es aproximadamente similar a la del agua**

La extracción con un solvente de densidad similar a la del agua presenta varias desventajas significativas. En primer lugar, la separación de las fases líquidas se vuelve complicada, lo que dificulta la recuperación del soluto deseado. Además, esta similitud en densidades puede favorecer la formación de emulsiones, aumentando el riesgo de pérdidas del producto. También existe el problema de que el solvente podría disolver impurezas no deseadas, afectando la pureza del extracto final. La elección de solventes se ve limitada, ya que muchos efectivos tienen densidades muy diferentes al agua. Asimismo, el manejo de dos líquidos con densidades similares puede ser más complicado, lo que incrementa el riesgo de errores en la técnica de extracción. Por último, la eficiencia en la transferencia de masa entre las fases puede verse reducida, resultando en un menor rendimiento del proceso. En conjunto, estas desventajas pueden impactar negativamente tanto en la eficacia de la extracción como en la calidad del producto final obtenido.

**4. La solubilidad del ácido benzoico en agua es 0,21g / 100 mL de agua a 10° C , 027 g/100 mL de agua a 18°C, 2,75 g/100 mL de agua a 80° C y 6,8 g/100 mL de agua a 95°C. Utilizando esta información, suponga que dos estudiantes cristalizaron 10g de ácido benzoico en agua. El primer estudiante disolvió al ácido benzoico a 80°C y filtro a 10°C y el segundo estudiante disolvió a 95°C y filtro a 18°C. Calcular la cantidad de agua que cada estudiante empleo y la máxima recuperación posible de ácido benzoico en cada caso**

Los valores de solubilidad a las temperaturas dadas y los valores utilizados por cada estudiante se resumen en la siguiente tabla

| | Temperatura ° C | Solubilidad Ácido Benzoico (grs) en agua por cada 100mL (mL) |
|---|---|---|
| Estudiante 1 | **10** | **0,21** |
| Estudiante 2 | 18 | 0,27 |
| Estudiante 1 | **80** | **2,75** |
| Estudiante 2 | 95 | 6,80 |

a) Para el primer estudiante, que disuelve el a 80ºC y enfría a 10° C se tiene que la solubilidad del ácido benzoico a 80ºC es 2,75 g/100 mL. Por lo tanto, para disolver 10 g de ácido benzoico:

$$10\ g\ .\frac{100\ mL}{2{,}75\ g} = 363{,}34\ mL$$

Cuando la solución se enfría a 10ºC, el ácido benzoico comenzará a cristalizar. La cantidad de ácido benzoico que permanece disuelto en el agua a 10ºC es de 0,21 g/100mL, la cantidad de ácido benzoico que permanece disuelto es:

$$363{,}34\ ml.\frac{0{,}21\ g}{100\ ml} = 0{,}7636\ g$$

Por lo tanto, la recuperación es

$$10g - 0{,}7636\ g = 9{,}2364\ g$$

$$\% = \frac{9{,}2364}{10}.100 = 92{,}36\%$$

b) Para el segundo estudiante, que disuelve el ácido benzoico a 95ºC y enfría a 18° C se tiene que la solubilidad del ácido benzoico a 95ºC es 6,8 g/100 mL. Por lo tanto, para disolver 10 g de ácido benzoico, el segundo alumno necesitará:

$$10\ g\ .\frac{100\ mL}{6{,}8\ g} = 147{,}06\ mL$$

La cantidad de ácido benzoico que permanece disuelto es:

$$147{,}06\ ml.\frac{0{,}27\ g}{100\ mL} = 0{,}3971\ g$$

Por lo tanto, la recuperación es

$$10g - 0{,}3971\ g = 9{,}6029\ g$$

$$\% = \frac{9{,}6029}{10}.100 = 96{,}029\ \%$$

Los resultados se muestran en la siguiente tabla

| | Estudiante 1 | Estudiante 2 |
|---|---|---|
| Agua utilizada | 363,64 | 147,06 |
| Acido utilizado | 10 | 10 |
| Acido disuelto | 0,7636 | 0,3971 |
| Recupera | 9,2364 | 9,6029 |
| % recobro | 92,36 | 96,03 |

**5) El coeficiente de distribución entre el éter y agua para la aspirina la temperatura del laboratorio es de 3,5. Que peso de aspirina puede ser extraído por una extracción con 60mL de éter de una solución de 5 gramos de aspirina en 100mL de agua. Calcular el peso de aspirina que puede ser removido por tres extracciones de 20mL de éter.**

- Con una sola extracción de 60mL:

$$K_D = \frac{Cs}{Cm} = 3{,}5$$

$$3{,}5 = \frac{\frac{x\ gramos}{60\ ml\ de\ eter}}{\frac{(5-x)}{100\ ml\ de\ agua}}$$

$$(17{,}5 - 3{,}5x) = 1{,}667\ x$$

$$x = 3{,}38\ grs$$

Quedan 5 – 3,38 gramos en la fase acuosa = 1,62 grs

- Con tres extracciones de 20mL cada una:

$$3{,}5 = \frac{\frac{x\ gramos}{20ml\ de\ eter}}{\frac{(5-x)}{100\ ml\ de\ agua}}$$

$$(17{,}5 - 3{,}5x) = 5\ x$$

$$x = 2{,}06\ grs$$

Quedan 5 – 2,06 gramos en la fase acuosa =2,94 grs

$$3{,}5 = \frac{\frac{x\ gramos}{20\ ml\ de\ eter}}{\frac{(2{,}94-x)}{100\ ml\ de\ agua}}$$

$$(10{,}29 - 3{,}5x) = 5\ x$$

$$x = 1{,}21\ grs$$

Quedan 2,94 – 1,21 gramos en la fase acuosa =1,73 grs

$$3{,}5 = \frac{\frac{x\ gramos}{20\ ml\ de\ eter}}{\frac{(1{,}73-x)}{100\ ml\ de\ agua}}$$

$$(6{,}055 - 3{,}5x) = 5\ x$$

$$x = 0{,}713\ grs$$

$$xtotal = 2{,}06 + 1{,}21 + 0{,}713\ grs = 4\ grs$$

Quedando en la fase acuosa 5 – 4g= 1g; mientras que haciendo una sola extracción de 60mL quedaban en la fase acuosa 1,62g.

**6. Cuando una solución que contiene 8 grs de ácido butírico en 200 mL de agua es extraída con 100 grs de benceno a 15°C se transfieren 2,4 gramos del ácido a la capa del benceno. Cuál es el coeficiente de distribución para el ácido butírico en benceno-agua a 15°C**

La densidad del benceno es 0,886 grs/mL a 15°C x 100 grs = 89 mL

$$K_D = \frac{Cs}{Cm} = \frac{\frac{2{,}4\ gramos}{89\ ml\ de\ benceno}}{\frac{(8-2{,}4)}{200\ ml\ de\ agua}} = \frac{\frac{2{,}4\ gramos}{89\ ml\ de\ benceno}}{\frac{5{,}6}{200\ ml\ de\ agua}} = \frac{200\ .2{,}4}{5{,}6\ .\ 89} = 0{,}96$$

# CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

## 5.1 CONCLUIONES

- Las separaciones por cristalización, extracción y efecto salino, son importantes para el estudio de la química orgánica

- En la separación por cristalización se obtienen cristales de ácido benzoico al enfriar la solución que previamente se calentó. Y se calcula fácilmente el porcentaje de rendimiento

- En la experiencia de extracción se observa como el solvente orgánico en este caso el hexano es capaz de extraer el ácido adípico del medio acuoso. Se realizó la extracción utilizando 10mL, 20mL , y extracción doble con 10mL de hexano. Se obtienen los resultados de las concentraciones del medio acuoso titulando con una solución preparada de 0,05 M de NaOH, se realizan los cálculos haciendo el balance del soluto en este caso ácido adípico obteniendo la concentración en el hexano, y calcular el coeficiente de reparto

- Se estudió cualitativamente la mezcla de la sal de carbonato de potasio ($K_2CO_3$) en una mezcla de etanol agua y se estudió también la mezcla de cloruro de sodio en una mezcla hexano agua.

- El etanol y agua se mezclan homogéneamente pero al añadir la sal de carbonato de potasio las dos capas se separan debido a que esta sal no es solubre en el etanol. El carbonato en exceso de la solución sobresaturada precipita en el fondo.

- En la mezcla hexano agua que es inmiscible, al añadir el cloruro de sodio, este se mezcla en la fase acuosa y se separan las dos capas. El hexano al ser menos denso que el agua flota sobre la fase acuosa

## 5.2 RECOMENDACIONES

- Incorporar datos teóricos para cada uno de los experimentos de esta práctica para realizar una muestra de cálculo que permite afianzar los conocimientos teóricos.

# BIBLIOGRAFIA

[1] Asdafad. (2024, April 29). Informe-Extraccion. Disponible en:https://es.scribd.com/document/412815344/Informe-Extraccion

[2] Carrillo, M. (2024, March 16). El efecto salino. Disponible en:https://es.scribd.com/document/543191557/el-efecto-salino

[3] Fernández, G. (2024, October 26). El efecto salino. Disponible en:https://www.quimicafisica.com/equilibrios-de-solubilidad/el-efecto-salino.htmL

[4] Informe Cristalización (Química Orgánica) - UNALM | PDF | Cristalización | Solubilidad. (2024, September 25). Disponible en:https://es.scribd.com/document/592462186/Informe-Cristalizacion-Quimica-Organica-UNALM

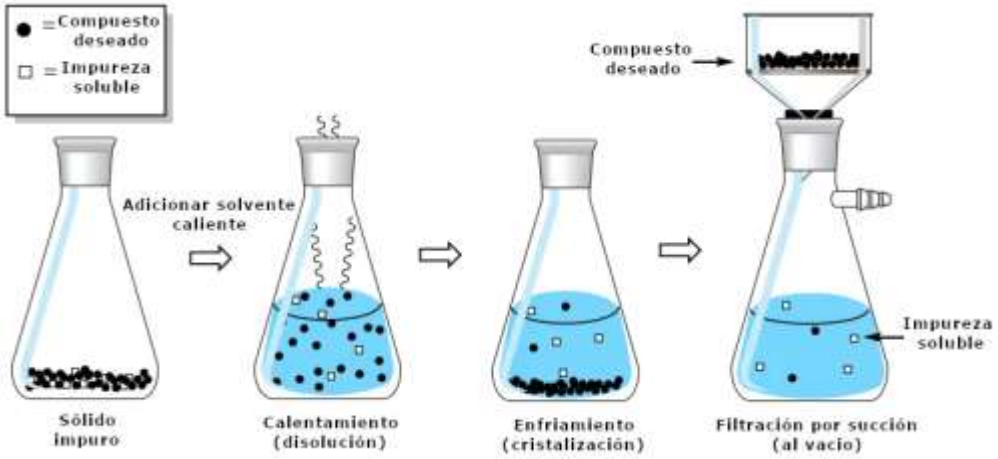
[5] Informe Extracción (Química Orgánica) - UNALM | PDF | Constante de disociación ácida | Cromatografía. (2022, September 07). Disponible en:https://es.scribd.com/document/592462688/Informe-Extraccion-Quimica-Organica-UNALM

[6] INFORME Nº 02 QUIMICA ORGANICA..pdf. (2023, October 12). Slideshare. Disponible en:https://es.slideshare.net/slideshow/informe-n-02-quimica-organicapdf/262098748

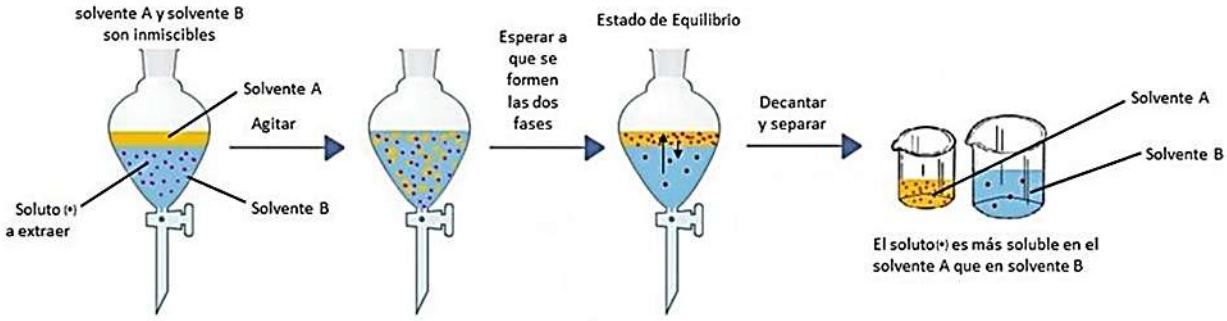
[7] Rosario, K. (2023, May 15). EXTRACCIÓN. LABORATORIO DE QUIMICA ORGANICA. Disponible en:https://es.scribd.com/document/361153840/EXTRACCION-LABORATORIO-DE-QUIMICA-ORGANICA

[8] Rosario, K. (2023, May 15). EXTRACCIÓN. LABORATORIO DE QUIMICA ORGANICA. Disponible en:https://es.scribd.com/document/361153840/EXTRACCION-LABORATORIO-DE-QUIMICA-ORGANICA

# ANEXOS




Anexo A. Proceso de cristalización




Anexo B. Proceso de extracción